



## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: **07081962 A**(43) Date of publication of application: **28.03.95**

(51) Int. Cl. **C03B 37/014**  
**C03B 20/00**  
**G02B 6/00**

(21) Application number: **05230180**(22) Date of filing: **16.09.93**(71) Applicant: **SUMITOMO ELECTRIC IND LTD**

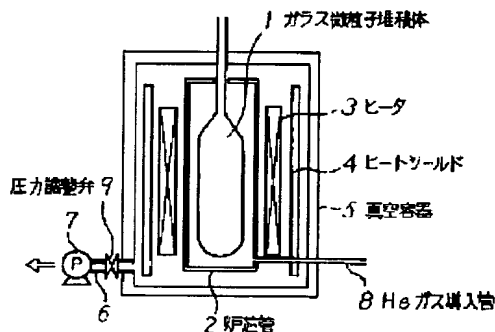
(72) Inventor:  
**ITO MASUMI**  
**DANZUKA TOSHIO**  
**OGA YUICHI**  
**HOSHINO SUMIO**

**(54) PRODUCTION OF OPTICAL FIBER PREFORM****(57) Abstract:**

**PURPOSE:** To eliminate the remaining of bubbles in a vitrified glass in the production process of an optical fiber preform consisting of a first heating stage to remove the contained gas and a second heating stage to vitrify the preform by repeating a cycle consisting of the supply of gaseous helium into a furnace and the stop of supply plural times and then heating the preform in the first stage.

**CONSTITUTION:** The heating furnace is provided with a pipe 8 to supply gaseous helium into a furnace core tube 2 and a valve 9 to control the pressure in the furnace. The degassing temp. of this process is preferably controlled to 800-1300°C. The pressure when helium is introduced is adjusted to 10 Pa to 100kPa by the flow rate of helium and the control valve 9. The supply of helium and the stop of supply are preferably repeated 2 to 10 times by the opening and closing of the valve 9. The pressure in the furnace is controlled to 20Pa when the supply of helium is stopped. The furnace is heated to 1500°C in the second heating stage while keeping the furnace pressure at 20Pa, held at that temp. for 20min and then cooled. The obtained glass body is a transparent body without any bubble on its entire length.

COPYRIGHT: (C)1995,JPO



(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平7-81962

(43) 公開日 平成7年(1995)3月28日

(51) Int.Cl. <sup>6</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 3 B 37/014	Z			
20/00				
G 0 2 B 6/00	3 5 6 A	7036-2K		

審査請求 未請求 請求項の数 4 O L (全 4 頁)

(21) 出願番号 特願平5-230180

(22) 出願日 平成5年(1993)9月16日

(71) 出願人 000002130

住友電気工業株式会社

大阪府大阪市中央区北浜四丁目5番33号

(72) 発明者 伊藤 真澄

神奈川県横浜市栄区田谷町1番地 住友電気工業株式会社横浜製作所内

(72) 発明者 弾塚 俊雄

神奈川県横浜市栄区田谷町1番地 住友電気工業株式会社横浜製作所内

(72) 発明者 大賀 裕一

神奈川県横浜市栄区田谷町1番地 住友電気工業株式会社横浜製作所内

(74) 代理人 弁理士 内田 明 (外2名)

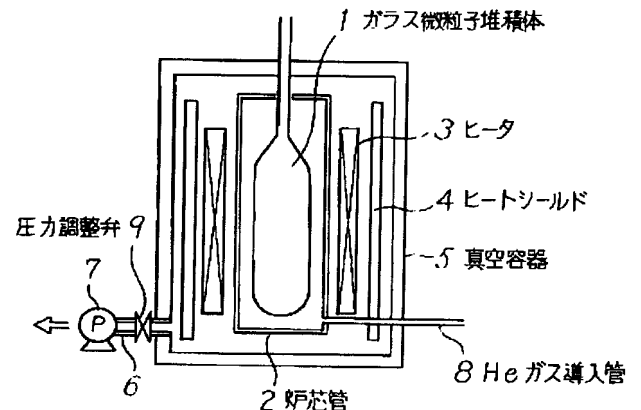
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 光ファイバ母材の製造方法

(57) 【要約】

【目的】 透明化後の気泡のない高品質な光ファイバ母材の製法を提供する。

【構成】 多孔質ガラス母材を真空または減圧雰囲気の中加熱炉中で加熱処理することにより透明ガラス化して光ファイバ母材を製造する方法において、該加熱処理が多孔質ガラス母材が含有するガスを除去する第1の加熱工程と透明ガラス化温度で透明化させる第2の加熱工程からなり、上記第1の加熱工程において該加熱炉内へのHeガスの導入および停止からなるサイクルを複数回繰り返しながら加熱することを特徴とする。



## 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 多孔質ガラス母材を真空または減圧雰囲気中の加熱炉中で加熱処理することにより透明ガラス化して光ファイバ母材を製造する方法において、該加熱処理が多孔質ガラス母材が含有するガスを除去する第 1 の加熱工程と透明ガラス化温度で透明化させる第 2 の加熱工程からなり、上記第 1 の加熱工程において該加熱炉内への He ガスの導入および停止からなるサイクルを複数回繰り返しながら加熱することを特徴とする光ファイバ母材の製造方法。

【請求項 2】 上記第 1 の加熱工程は、加熱温度 800℃～1300℃、He ガス導入時の炉内圧力 100Pa～100kPa の範囲内、かつ He ガス停止時の炉内圧力 100Pa 以下とすることを特徴とする請求項 1 記載の光ファイバ母材の製造方法。

【請求項 3】 上記第 2 の加熱工程は 100Pa 以下の真空度において、1450～1600℃の温度にて 1～30 分間保持することを特徴とする請求項 1 又は請求項 2 記載の光ファイバ母材の製造方法。

【請求項 4】 上記多孔質ガラス母材が中心部より外周部において屈折率が低い少なくともコアとクラッドからなる二重の導波路構造を有するガラスロッドの外周に、気相合成法によりガラス微粒子を堆積させてなる複合体であることを特徴とする請求項 1 乃至請求項 3 のいずれかに記載の光ファイバ母材の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は光ファイバ母材の製造方法に関し、特にそのまま光ファイバ母材にできるか光ファイバ母材製造のための中間製品となるガラス母材の製造方法に関する。

## 【0002】

【従来の技術】 光ファイバ母材の製造方法として、気相合成法、例えば気相軸付法あるいは外付法により合成されたガラス微粒子堆積体（多孔質ガラス母材）を電気炉にて高温加熱処理することによりヘリウムガス（He）あるいはハロゲンガスを微量に含んだ不活性ガスの充満した雰囲気中で加熱処理することにより行われてきた。これらの方法では、透明化する際、ガラス微粒子堆積体の粒子間に閉じ込められたガスが残留し、透明ガラス体内に気泡を生じる問題がある。これに対し、近年、特開昭 63-21025 号公報に記載されるような真空雰囲気あるいは減圧雰囲気下にて透明化する方法が提案されている。この方法では、雰囲気が減圧されるために、ガラス微粒子堆積体中のガスが脱気され、透明ガラス体内に気泡が残留しないことが期待される。従来、真空あるいは減圧雰囲気で加熱処理する装置は、図 2 に示すような構成となっている。すなわち、ガラス微粒子堆積体 1 の周囲を囲む炉芯管 2、この外側に加熱用ヒータ 3 が設置された均熱炉が、ヒートシールド 4 を挟んで真空容器

5 の中に入った構成となっている。真空容器 5 内には、脱気用配管 6 に接続された真空ポンプ 7 により減圧、真空雰囲気となる構造となっており、この上端でヒータ温度を上げることにより、炉芯管 2 内に挿入されているガラス微粒子堆積体 1 が透明化される。

## 【0003】

【発明が解決しようとする課題】 上記図 2 に示した加熱炉を用いて減圧、真空雰囲気で従来法により加熱処理する一例として、図 3 に示す温度条件にて透明化温度（通常 1500～1600℃）まで温度を上げ透明化したところ、期待に反して気泡が残留する場合が散見された。この方法で得られたガラス炉を用いて高品質なガラス物品を製造するためには、気泡の残留を安定して一般的にして減少あるいは無くすることが必要である。本発明はこのような要求を満足できるガラスファイバ母材の製造方法の改良をその課題とするものである。

## 【0004】

【課題を解決するための手段】 上記課題を解決する本発明は、多孔質ガラス母材を真空または減圧雰囲気中の加熱炉中で加熱処理することにより透明ガラス化して光ファイバ用母材を製造する方法において、該加熱処理が多孔質ガラス母材が含有するガスを除去する第 1 の加熱工程と透明ガラス化温度で透明化させる第 2 の加熱工程からなり、上記第 1 の加熱工程において該加熱炉内への He ガスの導入および停止からなるサイクルを複数回繰り返しながら加熱することを特徴とする。本発明において上記第 1 の加熱工程は、加熱温度 800℃～1300℃、He ガス導入時の炉内圧力 100Pa～100kPa の範囲内、かつ He ガス停止時の炉内圧力 100Pa 以下とすることが特に好ましい。また本発明の上記第 2 の加熱工程は 100Pa 以下の真空度において、1450～1600℃の温度にて 1～30 分間保持することが特に好ましい。

## 【0005】

【作用】 多孔質母材を加熱処理して透明ガラス母材を得る方法において、ガラス微粒子堆積体に含まれるガスをいかに速く脱気するかが、気泡のないガラス母材を得るために非常に重要なことである。本発明者らはガラス微粒子堆積体に含まれるガスについて検討した結果、多孔質体であるガラス微粒子堆積体の隙間に含まれているガスのほかにガラス微粒子堆積体を構成しているガラス微粒子に吸着しているガスの存在に気づいた。さらにガラス微粒子堆積体を減圧した場合、ガラス微粒子堆積体の隙間に含まれているガスは脱気されるがガラス微粒子に吸着しているガスは容易に取り除くことはできないことがわかった。この吸着ガスが残留すると気泡の原因になることから、この吸着ガスを除去することが重要である。ガラス微粒子に吸着しているガスを効率良く除去するには、減圧雰囲気下で He ガスの導入と停止を繰り返すことが効果的であることを見いだした。吸着ガスの成

分は主として $N_2$ および $H_2O$ であるが、 $He$  ガスを導入するとこれらの吸着ガスが $He$  ガスと置換される。 $He$  ガスは $N_2$ 、 $H_2O$ よりも吸着力が弱いので、容易に除去することができる。

【0006】本発明を図により具体的に説明する。図1は本発明に使用する加熱炉の概略説明図であり、この加熱炉は炉芯管内へ $He$  ガスを導入する $He$  ガス導入管8と炉内の圧力を調整する圧力調整弁9を備えている。本発明の脱気温度は800～1300℃が望ましい。800℃未満では十分な脱ガスができず、1300℃を超えると母材が収縮してガスが閉じ込められるからである。また $He$  導入時の圧力は $He$  流量と圧力調整弁9により100Pa～100kPaの範囲に調整することが望ましい。また $He$  停止時の真空度は100Pa以下にする必要がある。この理由は、減圧することにより $He$  を十分に除去するためである。 $He$  導入と停止の繰り返しは圧力調整弁9の開閉により行い、繰り返し回数は2～10回程度が好ましい。

【0007】なお、本発明に用いるガラス微粒子堆積体としては、すべてがガラス微粒子堆積体からなるものでもよいし、また中心部より外周部において屈折率が低い少なくともコアとクラッドからなる二重の導波路構造を有するガラスロッドの外周に、気相合成法によりガラス微粒子を堆積させてなる複合体であってもよい。

【0008】以下、実施例を挙げて本発明を具体的に説明するが、本発明はこれに限定されるものではない。

【実施例1】VAD法により合成した純シリカからなる多孔質母材を本発明に従い透明化した。多孔質体の寸法は、 $\phi 200\text{mm} \times 1000\text{mm}$ である。該母材を図1に示す炉内に挿入し、図4に示す処理条件で加熱透明化した。第1の加熱工程は、800℃から1000℃の範囲において、 $He$  ガスの導入と停止を繰り返した。 $He$  ガスの導入は、流量5リットル/分とし、炉内圧を1000Paに調整し、また $He$  ガスの導入サイクル（導入30分間、および停止30分間）を4回繰り返した。ヘリウム停止時の炉内圧は20Paであった。その後炉内圧を20Paに保ったまま1500℃まで昇温し、20分間保持した（第2の加熱工程）。その後、降温し、得られたガラス体は全長にわたり気泡の見られない良好な透明体であった。

【0009】【比較例】実施例1と同様にVAD法で合

\* 成した多孔質母材を図2に示す従来の構成で、炉内圧を30Paに減圧し、次に昇温して1550℃で30分間保持し、次に冷却し、その後炉から取り出した。この結果、直径0.1mm以下の微小気泡が全長にわたり見られた。

【0010】【実施例2】実施例1と同様の母材について、第1の加熱工程のみを「900℃で $He$  を10リットル/分の流量で60分間導入、0リットル/分（停止）60分間のサイクルを5回繰り返し」に変えた。 $He$  10リットル/分導入時の炉内圧は2kPa、0リットル/分（停止）の時の炉内圧は10Paであった。第2の加熱工程以降は実施例1と同様にした。本実施例により得られたガラス体は良好であった。

【0011】【実施例3】実施例1と同様の母材について、第1の加熱工程のみを「1300℃で $He$  を100リットル/分の流量で80分間導入、0リットル/分（停止）80分間のサイクルを2回繰り返し」に変えた。 $He$  100リットル/分導入時の炉内圧は50kPa、0リットル/分（停止）の時の炉内圧は20Paであった。第2の加熱工程以降は実施例1と同様にした。本実施例により得られたガラス体は良好であった。

【0012】

【発明の効果】以上説明したように、本発明によれば多孔質母材の存在するガスを十分に除去できる条件で加熱処理するため、透明化後のガラス内に気泡の残留がない良好なガラス体を得ることができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】は本発明に用いる加熱炉の概略説明図である。

【図2】は従来法で用いられた加熱炉の概略説明図である。

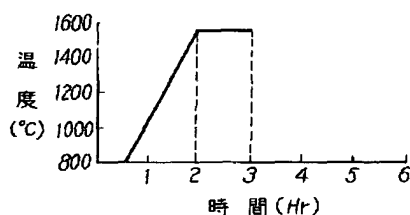
【図3】は従来法の温度条件の一例を示すグラフ図である。

【図4】は本発明の実施例1の温度、 $He$  流量、圧力の各条件を示すグラフ図である。図中横軸は時間（Hr）、縦軸は温度（℃）、 $He$  流量（l/分）または圧力（Pa）を示す。

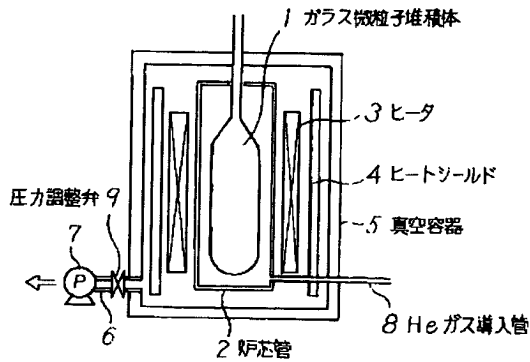
【符号の説明】

1 ガラス微粒子堆積体、 2 炉芯管、 3 ヒータ、 4 ヒートシールド、 5 真空容器、 6 脱気用配管、 7 真空ポンプ、 8  $He$  ガス導入管、 9 圧力調整弁。

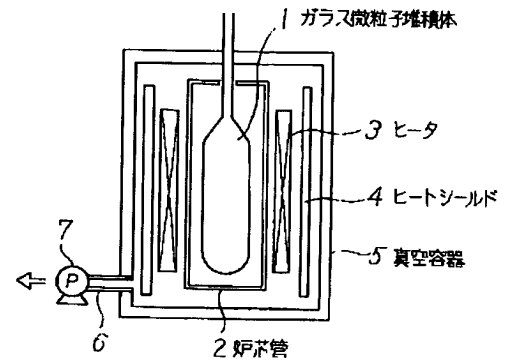
【図3】



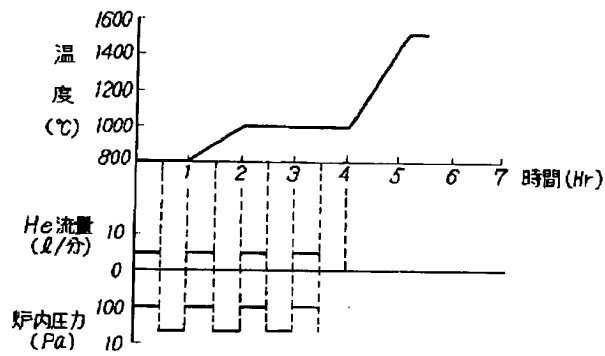
【図 1】



【図 2】



【図 4】



フロントページの続き

(72)発明者 星野 寿美夫  
 神奈川県横浜市栄区田谷町1番地 住友電  
 気工業株式会社横浜製作所内

**(54) PRODUCTION OF QUARTZ GLASS**

(11) 5-24853 (A) (43) 2.2.1993 (19) JP  
 (21) Appl. No. 3-203702 (22) 19.7.1991  
 (71) TOSOH CORP (72) SHUSUKE YAMADA(1)  
 (51) Int. Cl.<sup>5</sup>. C03B8/02, C03B20/00

**PURPOSE:** To obtain quartz glass free from optically inhomogeneous part by dispersing silica powder in a liquid medium, pouring the dispersion on a specific liquid and precipitating and depositing the powder by centrifugal separation.

**CONSTITUTION:** Silica powder having a specific surface area of  $\leq 40 \text{ m}^2/\text{g}$  is suspended in an amount of  $\leq 30 \text{ wt.}\%$  in a liquid dispersion medium under irradiation of ultrasonic wave for  $\geq 60 \text{ min}$ . The suspension is passed through a filter having a pore size of  $5\text{-}20 \mu\text{m}$  to remove foreign matters and powder agglomerates. The dispersion is poured on a liquid having little miscibility with the dispersion medium and having a specific gravity of  $\geq 2.2 \text{ g/cm}^3$ . The poured material is set on a centrifugal separator and subjected to centrifugal separation at  $\geq 1,000 \text{ rpm}$  for  $\geq 90 \text{ min}$  to effect the precipitation and deposition of the silica powder on the liquid surface. The obtained formed material is dried by heating at  $30\text{-}60^\circ\text{C}$  and a relative humidity of  $80\text{-}90\%$ , heated at  $\leq 800^\circ\text{C}$  in an oxidizing atmosphere to remove organic components, heated at  $800\text{-}1200^\circ\text{C}$  in an atmosphere containing chlorine gas to remove hydroxyl group and sintered in He-containing atmosphere at  $\leq 1600^\circ\text{C}$  for  $\geq 30 \text{ min}$ .

**(54) PRODUCTION OF GLASS ARTICLE**

(11) 5-24854 (A) (43) 2.2.1993 (19) JP  
 (21) Appl. No. 3-179814 (22) 19.7.1991  
 (71) SUMITOMO ELECTRIC IND LTD (72) TOSHIO DANZUKA(2)  
 (51) Int. Cl.<sup>5</sup>. C03B8/04, C03B19/14, C03B37/014, G02B6/00

**PURPOSE:** To provide a process most suitable especially for the production of a preform for optical fiber or its intermediate product.

**CONSTITUTION:** A deposited glass soot is synthesized by a vapor-phase synthesis and heat-treated in vacuum or in an atmosphere having reduced pressure to convert the soot into transparent glass and obtain a glass article. In the above process, the heat-treatment is carried out in at least three steps comprising the 1st heat-treatment at a temperature not to cause the shrinkage of the deposited glass soot, the 2nd heat-treatment at a temperature higher than the 1st heat-treatment temperature but not cause the conversion of the soot to transparent glass and the 3rd heat-treatment at a temperature to convert the soot into transparent glass. Since the deposited glass soot uniformly shrinks by the present heat-treatment, a high-quality glass article having small outer diameter unevenness and free from residual bubble, etc., can be produced.

**(54) PRODUCTION OF GLASS PREFORM**

(11) 5-24855 (A) (43) 2.2.1993 (19) JP  
 (21) Appl. No. 3-182503 (22) 23.7.1991  
 (71) SUMITOMO ELECTRIC IND LTD (72) TATSUHIKO SAITO(1)  
 (51) Int. Cl.<sup>5</sup>. C03B8/04, C03B20/00, C03B37/018, G02B6/00

**PURPOSE:** To provide a process for producing a glass preform by vapor-phase reaction, especially a process capable of producing a high-quality optical fiber preform in high productivity.

**CONSTITUTION:** A porous glass preform is produced by blowing a gaseous glass raw material from a concentric multiple tube burner having  $\geq 3$  sets of concentric flame-forming ports consisting of a fuel gas port, a combustion-sustaining gas port and an inert gas port and hydrolyzing the raw material in the flame.

In the above process, the flow rates of the gases are set to optimum levels satisfying the formulas  $4Q_s \leq Q_H \leq 7Q_s$  and  $4Q_s \leq Q_O \leq 7Q_s$  wherein  $Q_H$  is flow rate of the fuel gas  $\text{Hz}$  to form the 2nd flame,  $Q_O$  is the flow rate of the combustion sustaining gas  $\text{O}_2$  and  $Q_s$  is the flow rate of the raw hydrocarbon gas. The deposition efficiency and the deposition rate of the glass soot can be improved by this process to improve the productivity of a porous glass preform.